

Multicomponent measurement of gases using nondispersive infrared spectrometer

Patent Number: DE19735716
Publication date: 1999-02-04
Inventor(s): ZOECHBAUER MICHAEL DR (DE); FABINSKI WALTER (DE)
Applicant(s):: HARTMANN & BRAUN GMBH & CO KG (DE)
Requested Patent: ☐ DE19735716
Application Number: DE19971035716 19970818
Priority Number(s): DE19971035716 19970818; DE19971028797 19970705
IPC Classification: G01N21/61 ; G01N21/37 ; G01J3/42
EC Classification: G01N21/61, G01N21/37
Equivalents:

Abstract

The system is adjusted to be sensitive to at least two gas components (A,B). By selection or adjustment of the chamber proportions and the filling concentration of the detector, a degree of shift between components is regulated s that in a time window (Fenster) for the evaluation of the signal the integral of the a.c. signal relative to the measured gas component is a maximum and for other components is zero or close to zero.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

7) 199 22 590,7



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

12 **Offenl gungsschrift**
10 **DE 197 35 716 A 1**

51 Int. Cl.⁶:
G 01 N 21/61
G 01 N 21/37
G 01 J 3/42

21 Aktenzeichen: 197 35 716.4
22 Anmeldetag: 18. 8. 97
43 Offenlegungstag: 4. 2. 99

DE 197 35 716 A 1

66 Innere Priorität:
197 28 797. 2 05. 07. 97
71 Anmelder:
Hartmann & Braun GmbH & Co. KG, 60487
Frankfurt, DE

72 Erfinder:
Zöchbauer, Michael, Dr., 61440 Oberursel, DE;
Fabinski, Walter, 65830 Kriftel, DE

56 Entgegenhaltungen:
DE 23 33 664 B2
DE-AS 15 98 893
DE-AS 12 96 839
DE 44 29 010 A1
DE 39 37 141 A1
DE 28 45 070 A1
DE-OS 16 73 159

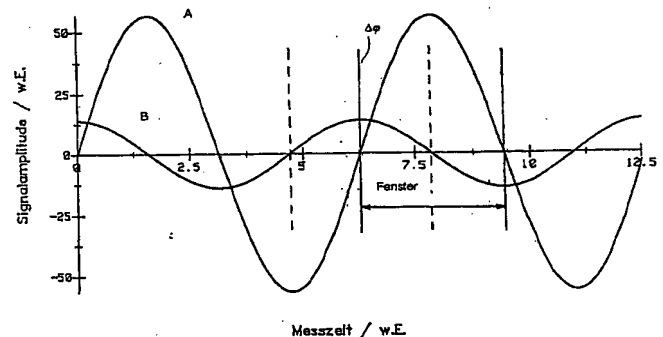
*2 Wellenfelder mit versch. Phasen
und Phasenverschiebung*

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Mehrkomponentenmessung mit einem nichtdispersiven Infrarotspektrometer

57 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Betrieb eines nichtdispersiven Infrarotspektrometers, bei welchem aus mehreren Gaskomponenten bestehendes Meßgas durch eine oder mehrere Küvetten durchgeleitet werden und ausgehend von einer Strahlungsquelle mit einem modulierten Lichtstrahl durchlaufen und von einem nach optopneumatischen Effekt arbeitenden Detektor erfaßt werden, dessen Signalerzeugung von den Absorptionsverhältnissen des Meßgases abhängt. Um ein NDIR-Fotometerbetriebsverfahren zur Zwei- oder Mehr-Komponentenmessung zu entwickeln, daß das Fotometer nur einen Detektor mit möglichst nur einer Füllgaskomponente erfordert, ist erfindungsgemäß vorgeschlagen, daß die Anordnung auf die Erfassung mindestens zwei verschiedener Gaskomponenten (A, B, ...) sensitiv eingestellt wird, indem die Kammerverhältnisse und die Füllkonzentration des Detektors derart gewählt bzw. eingestellt werden, daß zwischen den Signalen der einzelnen Gaskomponenten (A, B, ...) eine Phasenverschiebung entsteht, die so bemessen wird, daß in einem verwendeten Zeitfenster der Signalauswertung das Integral des Wechselsignals bezüglich der jeweils einen zu messenden Gaskomponente maximal ist und das Integral der anderen Gaskomponente Null oder nahe Null ist.



DE 197 35 716 A 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren sowie eine Einrichtung zur Mehrkomponentenmessung mit einem nichtdispersiven Infrarotspektrometer gemäß Oberbegriff der Patentansprüche 1.

Zur Zweikomponentenmessung nach dem nichtdispersiven fotometrischen Verfahren wird üblicherweise für jede zu messende Komponente ein eigener Detektor eingesetzt. Jeder Detektor wird hierbei mit der spezifisch zu messenden Gaskomponente gefüllt. Nachteilig ist bei diesen Verfahren, daß jede Komponente einen eigenen Detektor erfordert, der in der Herstellung relativ aufwendig ist. Bei der Realisierung einer Mehrkomponentenmessung mit einer Anordnung aus dem Stand der Technik müßte man ein Spektrometer vorsehen, welches entsprechend der Anzahl zu messender Komponenten auch eine entsprechende Anzahl von Detektoren aufweist.

Eine weitere Möglichkeit besteht darin, mehrere Gase in einen Detektor zu füllen und ihn so für mehrere Komponenten gleichzeitig zu selektieren.

Auch hier ist die Herstellung relativ aufwendig. Hinzu kommt, daß sich nur Gase einfüllen lassen, die nicht miteinander chemisch reagieren. Die allgemeine Anwendbarkeit wird hierdurch beschränkt.

Der vorliegenden Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, ein NDIR-Fotometerbetriebsverfahren zur Zwei- oder Mehr-Komponentenmessung zu entwickeln, das die genannten Nachteile nicht aufweist und das Fotometer nur einen Detektor mit möglichst nur einer Füllgaskomponente aufweist.

Die gestellte Aufgabe wird bei einem Verfahren der gattungsgemäßen Art erfindungsgemäß durch die kennzeichnenden Merkmale des Patentanspruches 1 gelöst. Eine weitere Ausgestaltungsform der Erfindung ist in den kennzeichnenden Merkmalen des Anspruchs 2 angegeben. Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der erfindungsgemäßen Verfahren sind in den abhängigen Ansprüchen 3 bis 6 angegeben.

Zur Lösung der Aufgabe wird die Tatsache genutzt, daß ein NDIR-Empfänger, der mit der Komponente A gefüllt ist, nicht nur für die Komponente A sensitiv sein kann, sondern auch für eine Komponente B, deren Absorptionsspektrum das Spektrum von A überlappt. Bei der üblichen Anwendung des NDIR-Verfahrens wird der Empfänger durch geeignete Dimensionierung des Kammervolumens und der Füllkonzentration so optimiert, daß die Komponente B möglichst vollständig unterdrückt wird. Der für die Komponente A sensitive Empfänger hat dann keine "Querempfindlichkeit" gegenüber der Komponente B.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren wird dagegen die potentielle Empfindlichkeit für die Komponente B gezielt genutzt. Es ist dann möglich, sowohl die Komponente A als auch die Komponente B zu messen. Man kann quasi zwischen Komponente A und B "hin- und herschalten". Beide Komponenten können somit unabhängig voneinander und gleichberechtigt gemessen werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren soll im folgenden näher erläutert werden. Wesentlich ist hierbei zunächst der Verlauf der sogenannten Selektivitätsfunktion. Fig. 1 zeigt als Beispiel den Verlauf für eine einzige Rotationslinie des feinstrukturierten Absorptionsspektrums der Modell-Komponente A. Im Linienzentrum dominiert die Absorption der vorderen Empfänger-Kammer (positives Signal), in den Flanken die Absorption der hinteren Kammer (negatives Signal). Der Kammer- bzw Detektoraufbau ist in Fig. 4 dargestellt; verwendet wird ein aus vorderer und hinterer Kammer bestehender Zwei-Schicht-Detektor.

Der Empfänger sei mit der Komponente A gefüllt. Befindet sich die Komponente A in der vor dem Empfänger angeordneten Meßküvette MG, so koinzidieren die Absorptions-Feinstrukturen des Füllgases und des Meßküvetten-gases vollständig. Somit ist im wesentlichen nur die vordere Empfänger-kammer aktiv. Für die Komponente B, deren Spektrum i. a. erheblich vom Spektrum der Komponente A abweicht, ergeben sich ganz andere Verhältnisse. Mit einer Koinzidenz der Feinstrukturen ist hier überhaupt nicht zu rechnen. Im allgemeinen wird deshalb sowohl die vordere als auch die hintere Kammer je nach Absorptionsspektrum der Komponente B beteiligt sein.

Bei der Umsetzung der im Empfänger absorbierten Energie in die vom Membrankondensator gemessenen Druckänderung spielt die Wärmeleitung des Empfängerfüllgases eine wichtige Rolle. Da die Strahlungsabsorption für Komponente A und B an verschiedenen Kammer-Orten geschieht, ergeben sich für Komponente A und B etwas unterschiedliche Phasenbeziehungen bei der Umsetzung in das Drucksignal.

Diese Phasenverschiebung ist der Schlüssel zum Verständnis der Erfindung. In Fig. 2 sind die elektrischen Ausgangssignale des Empfängers für die Komponente A und für eine ausgewählte Komponente B schematisch dargestellt. Die zeitlichen Maxima der beiden Signale treten zu verschiedenen Zeiten auf. Der Empfänger ist so optimiert, daß die Maxima um etwa 90° gegeneinander verschoben sind.

In der phasempfindlichen Gleichrichtung G der Signalverarbeitung gemäß Fig. 4 wird die Fläche innerhalb des eingezeichneten Zeitfensters in Fig. 2 aufintegriert. Für die Komponente A erhält man so maximale Empfindlichkeit. Das Signal der Komponente B verschwindet aber andererseits, da sich die positiven und negativen Anteile gerade aufheben.

Verschiebt man das Phasenfenster um 90° nach links, so kehren sich die Verhältnisse um (Fenster mit gestrichelten Linien). Jetzt wird Komponente B optimal erfaßt und Komponente A verschwindet. Durch entsprechende Wahl des Phasenfensters kann also einmal nur A und zum anderen nur B gemessen werden.

Ist die Phasenverschiebung des Empfängers zwischen A und B nicht exakt 90°, so kann durch leichte Verschiebung des Phasenfensters immer der Punkt gefunden werden, wo jeweils der Meßbetrag einer Komponente verschwindet.

Die Wirkung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist auch in der imaginären Zahlenebene der Empfindlichkeit vektoriell darstellbar (gemäß Fig. 3; x-Achse=Realteil der Empfindlichkeit; y-Achse=Imaginärteil der Empfindlichkeit). Im Diagramm sind die Vektoren A und B eingezeichnet, die etwa einen Winkel von 70° einschließen. Die Länge des Vektors entspricht der Signalamplitude. Zur Kompensation der Komp. B wird die x-Achse solange gedreht, bis B senkrecht auf ihr steht. Die neue Lage der x-Achse ist mit x' gekennzeichnet. Das Phasenfenster steht jetzt so, daß B gerade kompensiert wird. Für die Komponente A erhält man eine Empfindlichkeit, die der Projektion des Vektors A auf die x'-Achse entspricht.

Für die Messung der Komponente B drehen wir das Koordinatensystem so, daß der Vektor A senkrecht auf der x-Achse steht (x"-Achse). A wird also vollständig kompensiert. Die Empfindlichkeit für die Komponente B entspricht jetzt der Projektion des Vektors B auf die x"-Achse.

Das Verfahren ist auch dann anwendbar, wenn die Phasenverschiebung von 90° abweicht und auch dann, wenn mehr als 2 Komponenten zu messen sind. Mit Hilfe chemometrischer Methoden kann auch ein nkomponentiges Problem gelöst werden, indem die Phase nacheinander auf n verschiedene Werte eingestellt wird.

Insbesondere ist es mit dem chemometrischen Ansatz auch möglich, Nullpunktdriften zu kompensieren, die durch "graue" Absorption (z. B. Verschmutzung und Alterung) entstehen. Je nach Empfängerfüllung hat die graue Absorption eine ganz bestimmte Vektorlage und kann so über die Phasenbeziehung erfaßt werden.

Je nach gewünschter Anwendung kann es vorteilhaft sein, eine zweite Gaskomponente in den Empfänger einzubringen, mit der sich die gewünschte 90°-Phasendrehung für die Komponente B realisieren läßt.

Mit Hilfe des beschriebenen Verfahrens ist es nunmehr außerdem möglich auch zur Mehrkomponentenmessung den Detektor lediglich nur mit einer Gaskomponente füllen zu müssen. Die Sensitivität auf die zweite oder weitere Komponenten entsteht beispielsweise durch sogenannte Querempfindlichkeit, die in diesem Falle zweckmäßig ausgenutzt wird. Der Detektor wird also bei einer n-Komponenten-Messung nur mit maximal n-1 Gaskomponenten gefüllt. Für eine Zwei-Komponentenmessung wird beispielsweise der Detektor nur mit einer Gaskomponente gefüllt.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Betrieb eines nichtdispersiven Infrarotspektrometers, bei welchem aus mehreren Gaskomponenten bestehendes Meßgas durch eine oder mehrere Küvetten durchgeleitet werden und ausgehend von einer Strahlungsquelle mit einem modulierten Lichtstrahl durchlaufen und von einem nach optopneumatischen Effekt arbeitenden Detektor erfaßt werden, dessen Signalerzeugung von den Absorptionsverhältnissen des Meßgases abhängt **dadurch gekennzeichnet**, daß die Anordnung auf die Erfassung mindestens zwei verschiedener Gaskomponenten (A,B,...) sensitiv eingestellt wird, indem die Kammverhältnisse und die Füllkonzentration des Detektors derart gewählt bzw. eingestellt werden, daß zwischen den Signalen der einzelnen Gaskomponenten (A,B,...) eine Phasenverschiebung entsteht, die so bemessen wird, daß in einem verwendeten Zeitfenster der Signalauswertung das Integral des Wechselsignals bezüglich der jeweils einen zu messenden Gaskomponente maximal ist und das Integral der anderen Gaskomponente Null oder nahe Null ist.
2. Verfahren zum Betrieb eines nichtdispersiven Infrarotspektrometers dadurch gekennzeichnet, daß die Anordnung auf die Erfassung mindestens zwei verschiedener Gaskomponenten (A,B,...) sensitiv eingestellt wird, indem die Kammverhältnisse und die Füllkonzentration eines vor dem Detektor angeordneten Gasfilters derart gewählt bzw. eingestellt werden, daß zwischen den Signalen der einzelnen Gaskomponenten (A,B,...) eine Phasenverschiebung entsteht, die so bemessen wird, daß in einem verwendeten Zeitfenster der Signalauswertung das Integral des Wechselsignals bezüglich der jeweils einen zu messenden Gaskomponente maximal ist und das Integral der anderen Gaskomponente Null oder nahe Null ist.
3. Verfahren zum Betrieb eines nichtdispersiven Infrarotspektrometers, nach Anspruch 1 oder 2 dadurch gekennzeichnet, daß die zwischen beispielsweise 2 Gaskomponenten gewählte bzw. eingestellte Phasenverschiebung gleich oder nahe 90° ist.
4. Verfahren zum Betrieb eines nichtdispersiven Infrarotspektrometers, nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Zeitfenster in welchem das gewählte Signal erfaßt wird durch eine elektronische Filterung in Form einer phasenempfindli-

chen Gleichrichtung eingestellt bzw. verschoben wird.
5. Verfahren zum Betrieb eines nichtdispersiven Infrarotspektrometers, nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß zur Messung der Konzentration zweier oder mehrerer Gaskomponenten temporär gemessen wird, indem zwischen den einzelnen zur Messung der jeweiligen Komponente wesentlichen Phasenlagen hin- und hergeschaltet wird.

6. Verfahren zum Betrieb eines nichtdispersiven Infrarotspektrometers, nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Detektor mit maximal n-1 Gaskomponenten gefüllt wird, wobei n die Anzahl der Gaskomponenten ist auf denen der Detektor sensitiv einstellbar ist.

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

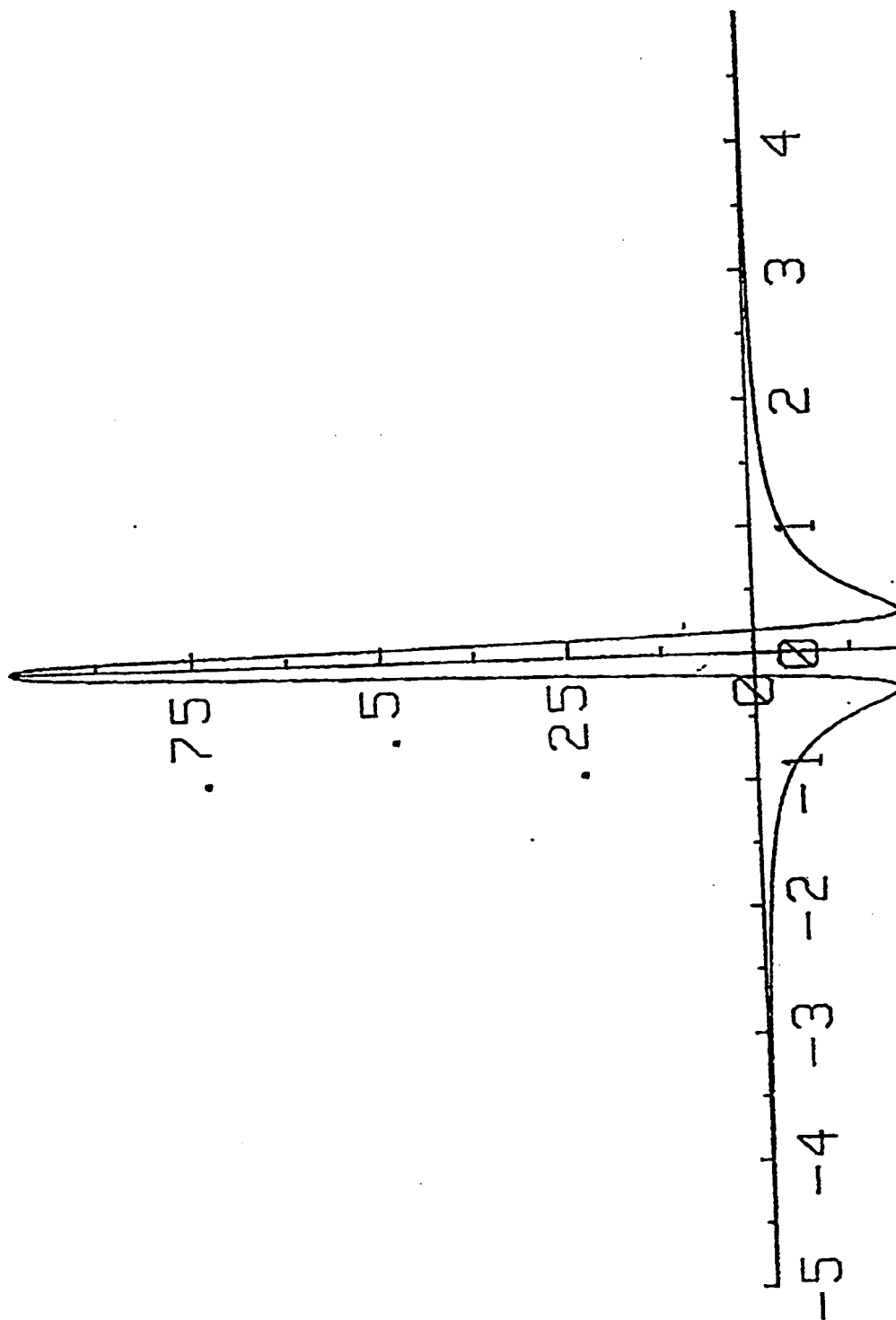
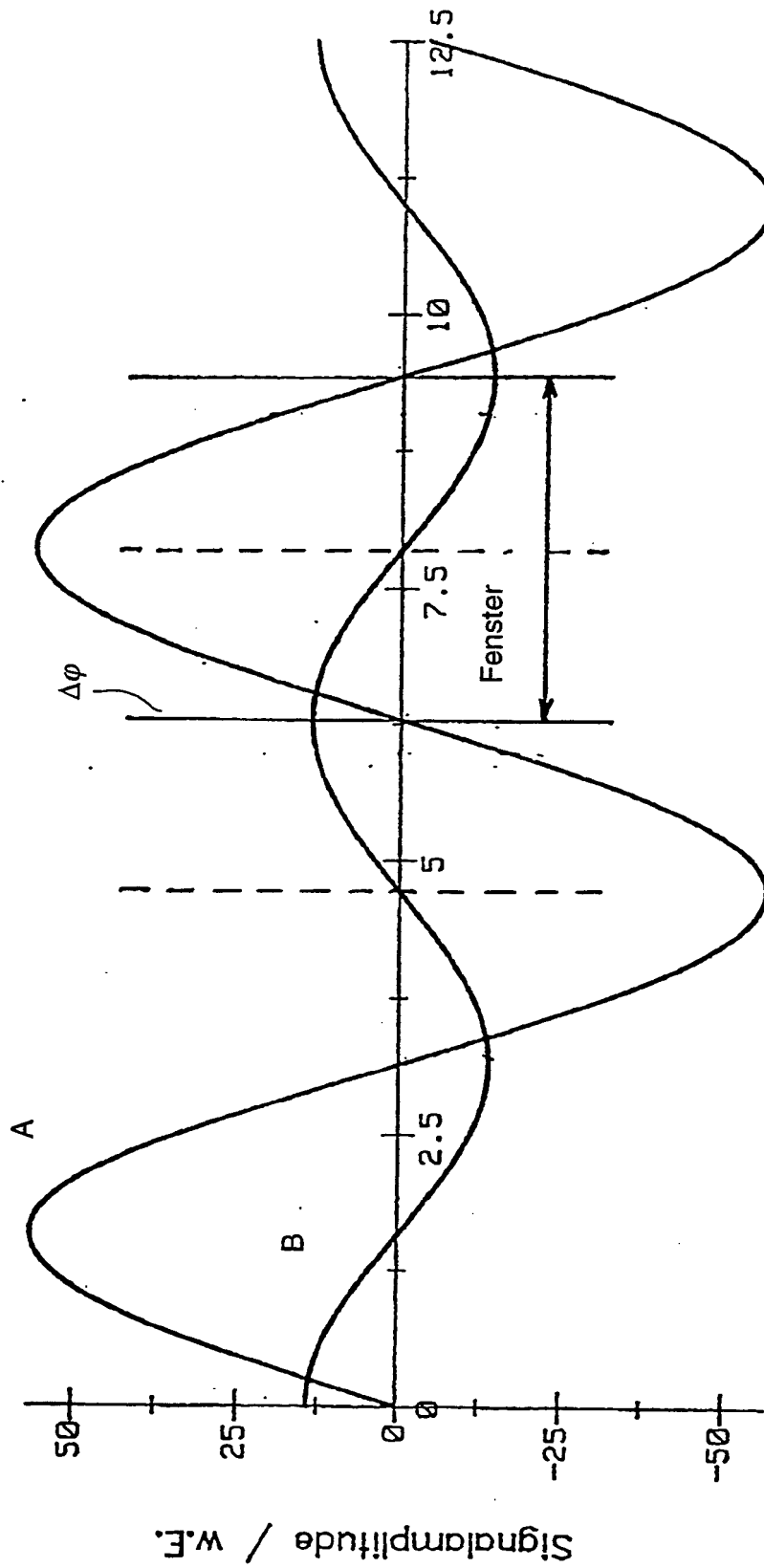


Fig. 1



Messzeit / w.E.

Fig. 2

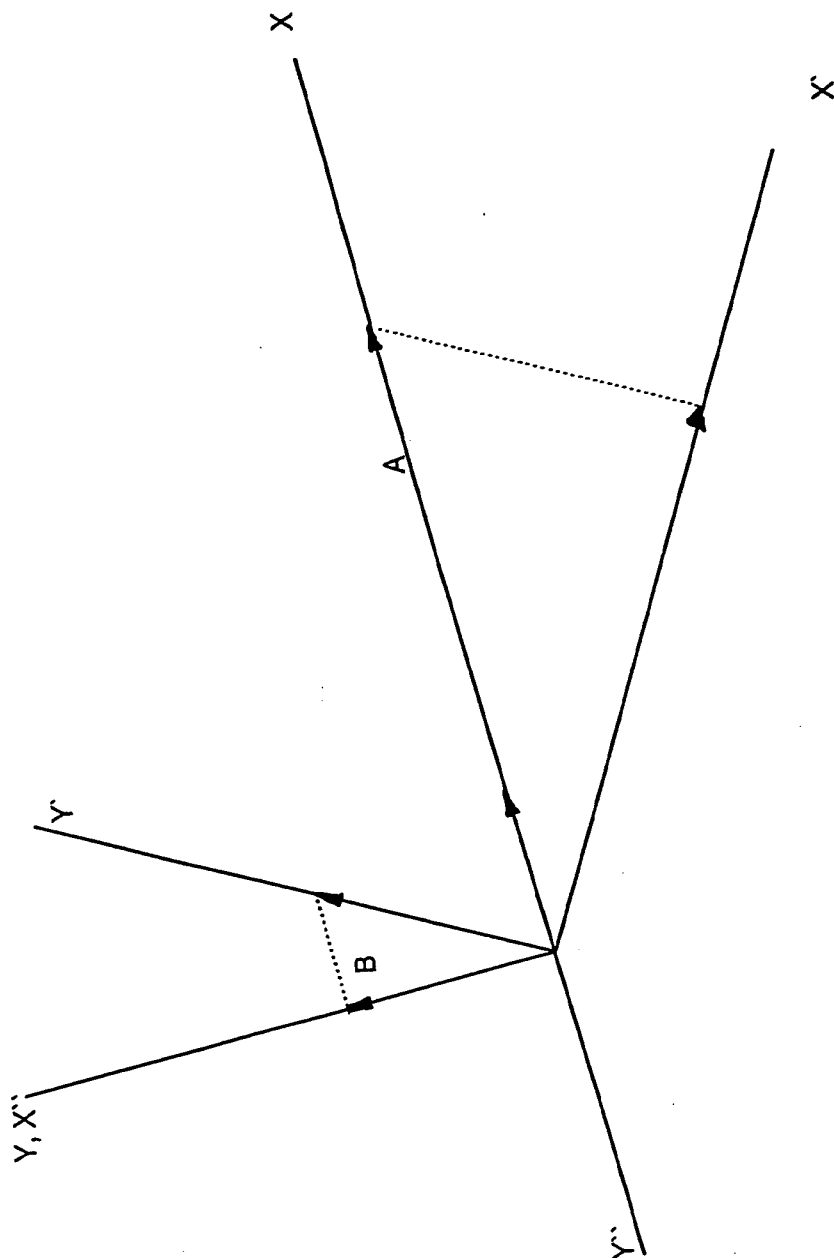


Fig. 3

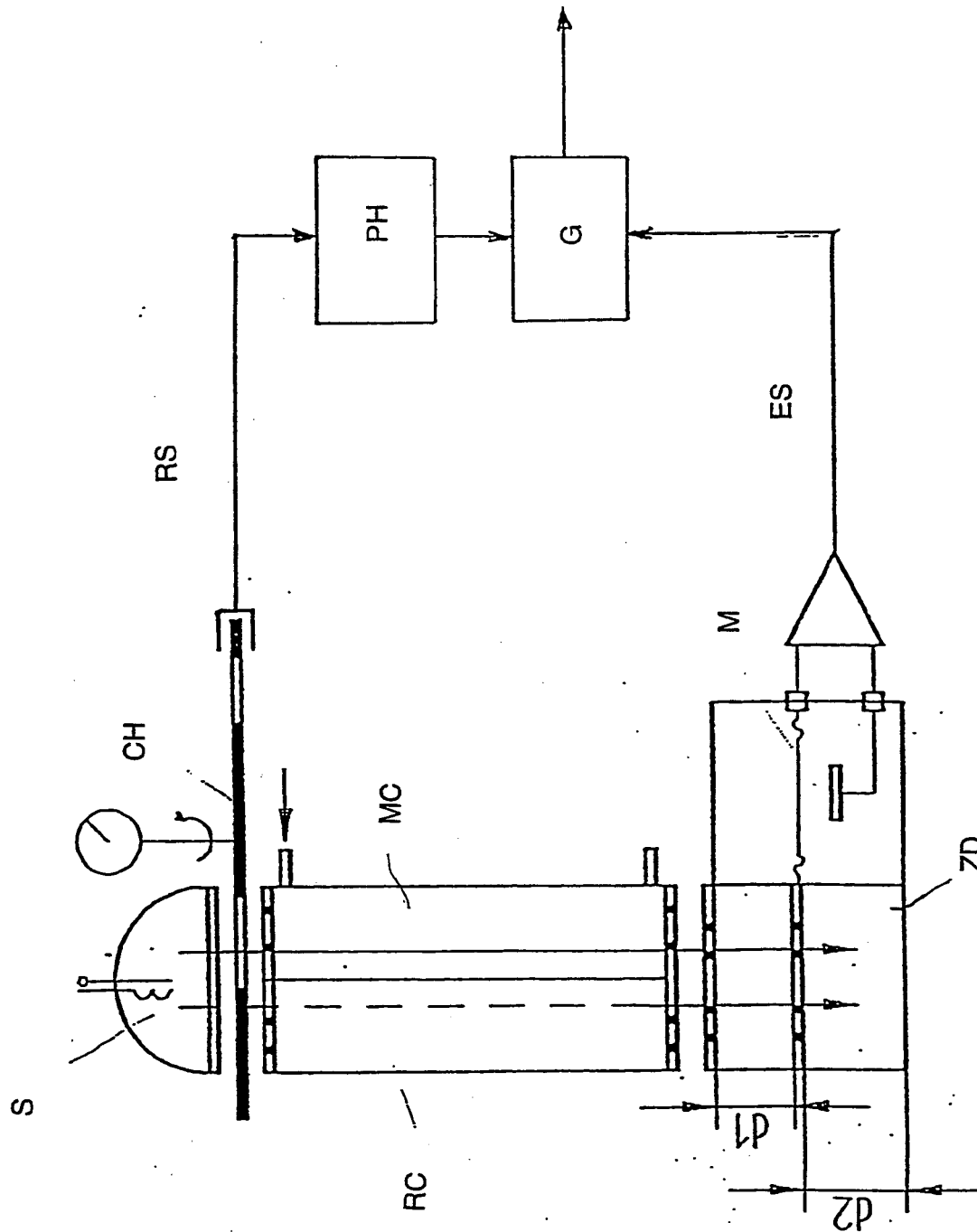


Fig. 4